

**4-(dichlorobenzoyl)-1,3-methyl-5-methoxy-pyrazole derivs. - used as herbicide and miticide**  
**Patent Assignee: NIHON NOYAKU CO LTD****Patent Family**

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
JP 59088470	A	19840522	JP 82198973	A	19821115	198426	B

**Priority Applications (Number Kind Date): JP 82198973 A ( 19821115)****Patent Details**

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
JP 59088470	A		9		

**Abstract:**

JP 59088470 A

Pyrazole deriv. of formula (I) is new. In (I) R1 is lower alkyl, cyano, -COOR3, -COR4; R3 is lower alkyl or benzyl; R4 is lower alkyl or phenyl; R2 is -COOR3, CON(R4)2, phenyl opt. subst. by 1-2 halogen atoms or lower alkyl groups, phenoxy opt. subst. by 1-3 halogen atoms). Prodn. of (I) compsn. reacting (II) with X-C(R1)H-R2 (where M is H or alkali metal, X is halogen atom) in a solvent e.g. diethylether, THF or benzene, and pref. in presence of base e.g. NaOH, KOH, sodium carbonate, potassium carbonate, triethylamine, pyridine, etc.

(I) is effective in the control of annual and perennial weeds in paddy field, upland, orchard, etc., and shows the excellent herbicidal effect to weeds before germination or at the early growth stage. Further, it can be used as miticide.

0/0

Derwent World Patents Index

© 2001 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 4017046



OK

⑨ 日本国特許庁 (JP)  
 ⑩ 公開特許公報 (A)

⑪ 特許出願公開  
 昭59-88470

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>  
 C 07 D 231/20  
 A 01 N 43/56

識別記号

厅内整理番号  
 7133-4C  
 7215-4H

⑬ 公開 昭和59年(1984)5月22日  
 発明の数 2  
 審査請求 未請求

(全 9 頁)

⑭ ピラゾール誘導体及び除草、殺ダニ剤

⑭ 発明者 蜂谷陽一

橋本市城山台1丁目15番地の9

⑭ 特 願 昭57-198973

⑭ 発明者 今埜隆道

⑭ 出 願 昭57(1982)11月15日

河内長野市本多町5-6-301

⑭ 発明者 安藤亘治

⑭ 発明者 陽川昌範

大阪市阿倍野区松虫通1丁目7  
-26

⑭ 発明者 秋田孝幸

⑭ 出願人 日本農業株式会社

寝屋川市国守町334番地の1 A7

東京都中央区日本橋一丁目2番  
5号

⑭ 発明者 鈴谷邦宏

寝屋川市国守町334番地の1

## 明細書

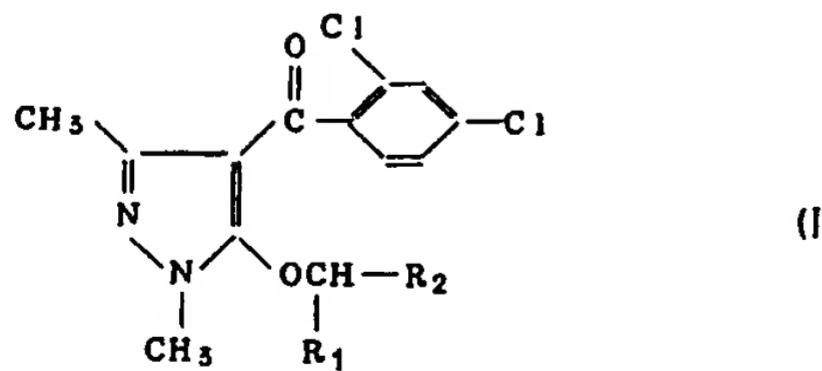
換された置換フェニル基、フェノキシ基及び1乃至3個のハロゲン原子で置換されたフェノキシ基を示す。)で表わされるピラゾール誘導体。

1 発明の名称 ピラゾール誘導体及び除草、殺ダニ剤

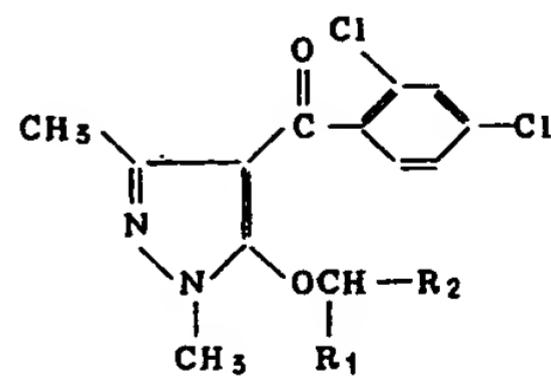
## (2) 一般式(I)

2 特許請求の範囲

## (1) 一般式(I)



(但し式中 R<sub>1</sub> は低級アルキル基、シアノ基、-COOR<sub>3</sub> (R<sub>3</sub> は低級アルキル基又はベンジル基を示す。)、-C<sup>2</sup>R<sub>4</sub> (R<sub>4</sub> は低級アルキル基又はフェニル基を示す。) を示し、R<sub>2</sub> は -COOR<sub>3</sub>-CON(R<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (R<sub>4</sub> はアルケニル基を示す。) フェニル基、1乃至2個のハロゲン原子又は低級アルキル基で置換された置換フェニル基、フェノキシ基及び1乃至3個のハロゲン原子で置換されたフェノキシ基を示す。) で表わされるピラゾール誘導体

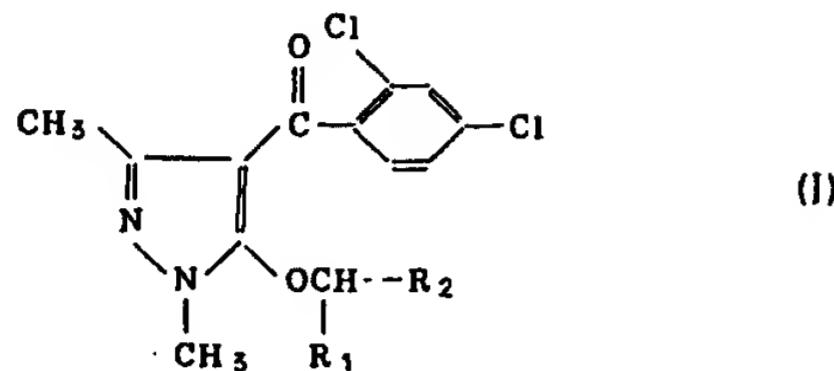


(但し式中 R<sub>1</sub> は低級アルキル基、シアノ基、-COOR<sub>3</sub> (R<sub>3</sub> は低級アルキル基又はベンジル基を示す。)、-C<sup>2</sup>R<sub>4</sub> (R<sub>4</sub> は低級アルキル基又はフェニル基を示す。) を示し、R<sub>2</sub> は -COOR<sub>3</sub>-CON(R<sub>4</sub>)<sub>2</sub> (R<sub>4</sub> はアルケニル基を示す。) フェニル基、1乃至2個のハロゲン原子又は低級アルキル基で置換された置換フェニル基、フェノキシ基及び1乃至3個のハロゲン原子で置換されたフェノキシ基を示す。) で表わされるピラゾール誘導体

を有効成分として含有することを特徴とする除草、殺ダニ剤。

## 3 発明の詳細な説明

本願発明は一般式(I)



(但し式中R<sub>1</sub>は低級アルキル基、シアノ基、-COOR<sub>3</sub>(R<sub>3</sub>は低級アルキル基又はベンジル基を示す。)、-C(=O)R<sub>4</sub>(R<sub>4</sub>は低級アルキル基又はフェニル基を示す。)を示し、R<sub>2</sub>は-COOR<sub>3</sub>-CON(R<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(R<sub>4</sub>はアルケニル基を示す。)フェニル基、1乃至2個のハロゲン原子又は低級アルキル基で置換された置換フェニル基、フェノキシ基及び1乃至3個のハロゲン原子で置換されたフェノキシ基を示す。)で表わされるピラゾール誘導体

を有効成分として含有することを特徴とする除草、殺ダニ剤に関する。

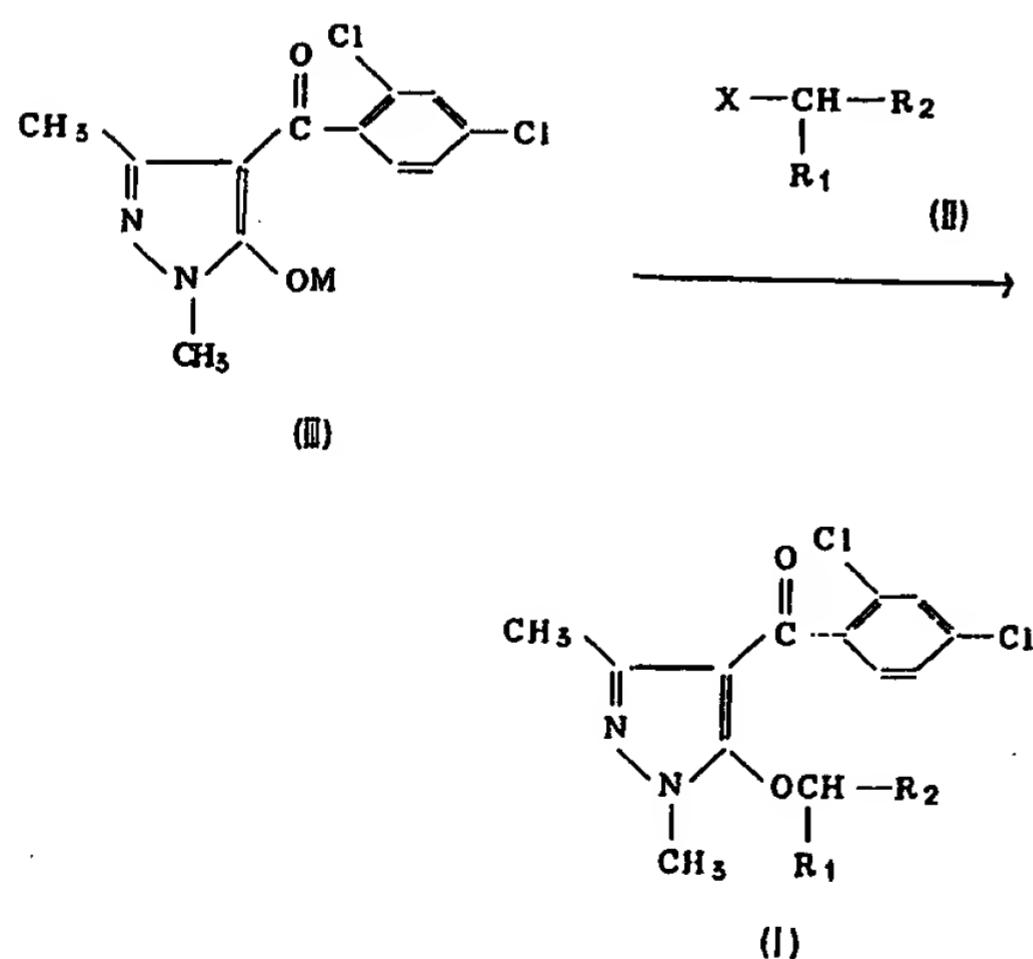
特開昭50-128630号、特開昭54-

41872号及び特開昭54-70269号等に種々のピラゾール誘導体が開示され除草剤として有用であると記載されている。

本願発明者等はさらに除草活性が強く、稍に對して安全で多種の雑草に対して除草活性を示す化合物を探索研究を重ねた結果、一般式(I)で表わされるピラゾール誘導体が文献未記載の新規化合物であり、優れた除草活性を有することを見出し本発明を完成させたものである。

更には、本発明化合物は意外にもダニ類に対しても優れた殺ダニ活性をも有するものである。

本発明化合物の合成法としては例えば図式的に示すと



(但し、式中Mは水素原子又はアルカリ金属を、Xはハロゲン原子を示す。R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>は前記に同じ。)

上記反応は一般式(III)で表わされる化合物と一般式(II)で表わされる化合物とを溶媒の存在下で好適に行なわれ、使用できる溶媒としては本反応を阻害しないものであれば良く、特に限定されるものではないが、例えばジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類；ジクロロメタン、クロロホルム、四塩化炭素などのハロゲン化炭化水素類；ジメチルホルムアミド、ジエチルホルムアミド等の低級脂肪酸アミド類；水；ジメチルスルオキシド等を挙げることができる。これらは単独で、又は混合物として使用することができる。

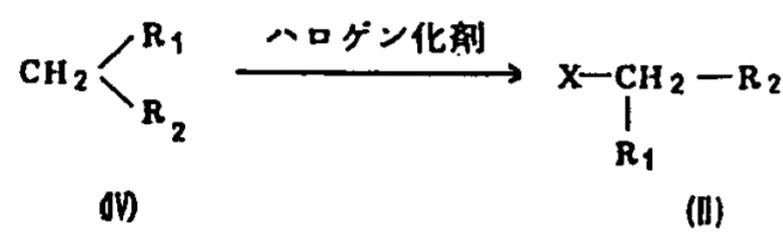
本発明は塩基の存在下又は不存在下で反応を進行させることができる。使用できる塩基としては無機塩基でも有機塩基でも良く、例えば無機塩基としては水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属水酸化物；炭酸ナトリウム、炭酸カリウム等のアルカリ金属炭酸塩等；有機塩基としてはトリエチルアミン、ジメチル

アニリン、ピリジン等が挙げられるがこれらに限定されるものではない。

反応温度は0℃乃至溶媒の過流温度の範囲で行なわれるが好ましくは室温前後で反応を行うとよい。

反応時間は反応温度、使用される試薬によつて異なるが1乃至24時間の範囲から適宜選択すれば良い。

又、本発明化合物を合成するための原料である一般式(II)で表わされる化合物を合成する方法は、例えば図式的に示すと



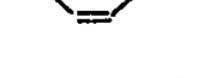
(但し式中、R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>は前記に同じ、Xはハロゲン原子を示す。)

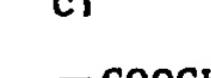
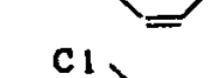
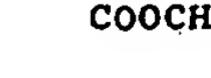
即ち、一般式(II)で表わされる化合物は公知の方法で一般式(IV)で表わされる化合物に適当なハロ

ゲン化剤を反応させれば良い。(Org. Synth. Collect. Vol. 1, 245; Ibid. Vol. 4, 592; ibid. Vol. 3, 347)

一般式(II)で表わされる化合物の代表例を第1表に示すがこれらに限定されるものではない。

第 1 表

化合物 No.	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	物性(融点℃ 性状)
1	CH <sub>3</sub>		油状物
2	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>		"
3	CN		"
4	CN		"
5	CN		"
6	CN		"
7	COCH <sub>3</sub>	COOCH <sub>3</sub>	"
8	COCH <sub>3</sub>	COOC <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -s	$n_D^{18} 1.5327$

9	COCH <sub>3</sub>	CON(CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub>	油状物
10	COCH <sub>3</sub>		"
11	COC(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>		115.6℃
12	COC(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>		油状物
13	COC(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>		"
14	COC(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>		120.7℃
15	CO 	-COOCH <sub>3</sub>	$n_D^{18} 1.5522$
16	CO 		油状物
17	CO 		"
18	COOCH <sub>3</sub>	COOCH <sub>3</sub>	"
19	COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	$n_D^{25} 1.5297$
20	COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		油状物

21	COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		油状物
22	COOC <sub>4</sub> H <sub>9-n</sub>		$n_D^{18}$ 1.5152
23	COOCH <sub>2</sub>		111.7°C

以下に油状物として示された化合物のNMRのデータの代表例を第2表に挙げる。

第2表

化合物名	CDC <sup>13</sup> (ppm) TMS
1	1.57 (d, 3H), 1.83 (s, 3H), 3.23 (s, 3H), 5.33 (q, 1H), 7.00~7.37 (m, 7H)
3	1.73 (s, 3H), 3.53 (s, 3H), 6.63 (s, 1H), 7.13~7.77 (m, 10H)
4	1.73 (s, 3H), 3.53 (s, 3H), 6.63 (s, 1H), 7.13~7.77 (m, 10H)
7	1.75 (s, 3H), 2.48 (s, 3H), 3.83 (s, 6H), 6.10 (s, 1H), 7.33 (m, 2H), 7.47 (s, 1H)
9	1.70 (s, 3H), 2.33 (s, 3H), 3.38 (s, 3H), 3.67~4.17 (m, 4H), 4.83~6.13 (m, 6H), 6.47 (s, 1H), 7.20 (s, 2H), 7.40 (s, 1H)

10	1.77 (s, 3H), 2.40 (s, 3H), 3.63 (s, 3H), 6.47 (s, 1H), 6.77~7.50 (m, 7H)
18	1.85 (s, 3H), 3.85 (s, 3H), 3.92 (s, 6H), 6.05 (s, 1H), 7.35 (s, 2H), 7.50 (s, 1H), 1.33 (t, 3H), 1.80 (s, 3H), 3.70 (s, 3H), 4.30 (q, 2H), 6.60 (s, 1H), 6.90 (d, 2H), 7.40 (d, 2H)
20	

本発明除草剤は水田用除草剤として出芽前及び出芽後処理で選択性を有しイネに対しても薬害の少ない除草剤であり、また畑においても出芽後処理で全ての草種に対して有用な除草剤である。例えばノビエ(タイヌビエの俗称。イネ科1年生草。水田の代表的強害草)、コナギ(ミズアオイ科1年生草。水田の強害草)、タマガヤツリ(カヤツリグサ科1年生草。水田の害草)、マツバイ(カヤツリグサ科多年生草。湿地、水路、水田に発生。水田の代表的多年生害草)、ウリカワ(オモダカ科。水田、湿地、湖は発生する多年生害草)、ホタルイ(カヤツリグサ科多年生草。水田、湿地、湖に発生)、エンバク(イネ科越年生草。平地、荒地、畑地に発生)、ヨモギ(キク科多年生草。山野、畑地に発生)、メヒシバ(イネ科1年生草、畑、樹園地の代表的強害草)、ギシギシ(タデ科多年生草。畑地、道ばたに発生)、コゴメガヤツリ(カヤツリグサ科1年生草、畑地、道ばたに発生)、アオビュ(ヒエ科1年生草。空地、道ばた、畑地に発生)等の水田、畑、樹園地、湿地等に発生する1年生及び多年生草を防除する作用を有する。

本発明除草剤は、出芽前及び発生始期にある雑草に対してすぐれた防除作用を示すことから、有用植物の植付け予定地にあらかじめ処理するとか、有用植物の植付け後(有用植物が樹園の如く既に定植されている場合を含む)雑草の発生始期までに処理するとか、また有用植物の播種後、作物の発生前に処理すれば一層本発明除草剤の有する特徴ある生理活性を効果的に発現させることができる。しかし本発明除草剤がこのような態様に於いてのみ使用されねばならないといふものではなく、例えば本発明除草剤は、

水田の中期除草剤としても使用することができるばかりでなく、一般雑草の除草剤としても使用することができる。例えば刈取跡、休耕田畠畔、農道、水路、牧草造成地、墓地、公園、道路、運動場、建物周辺の空地、開墾地、線路、森林等の一般雑草の駆除のために使用することもできる。この場合、雑草の発生始期までに処理するのが、経済的にも効果的であるが、必ずしもそれにこだわらない。

ところで、除草剤として使用する場合、農薬製剤上の常法に従い使用上都合のよい形状に製剤して使用するのが一般的である。

即ち上記化合物は、これを適当な不活性な担体に、要するなら補助剤と一緒に、適当な割合に配合して、溶解、分散、懸濁、混合、含浸、吸着若しくは付着させ適宜の剤型、例えば懸濁液、乳剤、溶液、水和剤、粉剤、粒剤、錠剤等に製剤すればよい。

活性成分の配合は必要に応じて加減し得る。粉剤成いは粒剤とする場合は通常0.5~20%

(重ね)、また乳剤或いは水和剤とする場合は、0.1～50% (重量) が適当である。

本発明除草剤は各種雑草を枯殺し若しくは生育を抑制したまま有用植物を雑草害から保護するため、そのまま、または水等で適宜に希釈し若しくは懸濁させた形で殺草若しくは生育抑制に有効な量を、当該雑草にまたは当該雑草の発生若しくは生育を好みとしない場所に基盤または土壤に適用して使用する。

本発明除草剤の使用量は種々の因子、例えば目的、対象雑草、雑草または作物の発生/生育状況、雑草の発生傾向、天候、環境条件、剤型、施用方法、施用場所、施用時期等によつて変動する。

本発明除草剤を選択的除草剤として単用する場合には、例えば本発明除草剤の投薬量を10アール当たり10～500g (有効成分) の割合から選ぶのが適当であるが本発明除草剤を他の除草剤と混用する場合には、多くの場合、単用の場合よりも低薬量で有効となることを考慮すれ

クロル-4-メチルフェノキシ酢酸；エチル2-メチル-4-クロルフェノキシブチレート等のフェノキシ系除草剤。2,4,6-トリクロルフェニル-4'-ニトロフェニルエーテル；2,4-ジクロルフェニル-4'-ニトロフェニルエーテル；2,4-ジクロロ-3'-メトキシ-4'-ニトロフェニルエーテル等のジフェニルエーテル系除草剤。3-(3,4-ジクロロフェニル)-1-メトキシ-1-メチルウレア；3-(4-クロロフェニル)-1,1-ジメチルウレア；1-(2-クロロフェニルスルホニル)-3-(4-メトキシ-6-メチル-1,3,5-トリアジン-2-イル)ウレア；1-( $\alpha$ , $\alpha$ -ジメチルベンジル)-3-( $p$ -トリル)ウレア等の尿素系除草剤。3-メトキシカルボニルアミノフェニル-N-(3-メチルフェニル)カーバメート；イソプロピル-N-(3-クロルフェニル)カーバメート；メチルN-(3,4-ジクロロフェニル)カーバメート等のカーバメート系除草剤。8-(4-クロルベンジル)N,N-ジエチルカーバメ

ば本発明化合物の投薬量は更に少ない薬量範囲から選択されることも可能である。

本発明除草剤はとりわけ畑の発芽前若しくは発生始期の処理剤として又は水田の初期乃至中期除草剤として価値が高いが、更に防除対象草種、防除適期の拡大のため或いは薬量の減量をはかるために他の除草剤と混合使用することも可能である。

このような他の除草剤としては、2-メチルチオ-4,6-ビスエチルアミノ-1,3,5-トリアジン；2-クロル-4,6-ビスエチルアミノ-1,3,5-トリアジン；2-メトキシ-4-エチルアミノ-6-イソプロピルアミノ-1,3,5-トリアジン；2-クロル-4-エチルアミノ-6-イソプロピルアミノ-S-トリアジン；2-メチルチオ-4,6-ビス(イソプロピルアミノ)-S-トリアジン；2-メチルチオ-4-エチルアミノ-6-イソプロピルアミノ-S-トリアジン等のトリアジン系除草剤。2,4-ジクロロフェノキシ酢酸及びそのエステル；2-

ト；S-エチルN-シクロヘキシル-N-エチルカーバメート；S-エチルN,N-ヘキサメチレンカーバメート；S-エチル-N,N-ジノルマルプロピルカーバメート等のチオールカーバメート系除草剤。1,1'-ジメチル-4,4'-ビスピリジリウムジクロライド等のピリジリウム塩系除草剤。N-(ホスホノメチル)グリシン；S-2-メチルピベリジノルカルボニルメチルO,O-ジプロピルホスホロジチオエート；O-エチルO-(5-メチル-2-ニトロフェニル)1-メチルプロピルホスホロアミドチオエート；O,O-ジイソプロピルS-2-フェニルスルホニルアミノエチルホスホロジチオエート等の有機リン系除草剤。 $\alpha$ , $\alpha$ , $\alpha$ -トリフルオロー-2,6-ジニトロ-N,N-ジプロピル- $p$ -トルイジン；4-(メチルスルホニル)-2,6-ジニトロ-N,N-ジプロピルアニリン等のアニリン系除草剤。2-クロル-2',6'-ジエチル-N-(ブトキシメチル)アセトアニリド；N- $n$ -ブロボキシエチル-

2,6-ジエチル- $\alpha$ -クロロアセトアニリド；  
 N-( $\alpha$ , $\alpha$ -ジメチルベンジル)- $\alpha$ -ブロモ-  
 テーブチルアセトアミド；3,4-ジクロロプロ-  
 ピオニアニリド等の酸アミド系除草剤。5- $\alpha$ -  
 ブチル-3-(2,4-ジクロロ-5-イソプロポ-  
 キシフェニル)1,3,4-オキサジアゾリン-2-  
 オン；2-[N-イソプロピルN-(4-クロ-  
 ロフェニル)カルバモイル]-4-クロル-5-  
 メチル-4-イソキサゾリン-3-オン；3-  
 イソプロピル-ベンゾ-2-チア-1,3-ジア-  
 ジノン-(4)-2,2-ジオキシド；3-(2-メ-  
 テルフェノキシ)ビリダジン等があげられるが、  
 これらに限られるものではない。

又、本発明化合物は各種ダニ類を殺滅し、ま-  
 たは植物を各種ダニ類の攻撃から保護するため  
 にも有用である。

以下に本発明の実施例、試験例及び処方例の  
 若干を示すが、本発明はこれらのみに限定され  
 るものではない。

クロホルムで抽出する。溶媒を留去した後、シ-  
 リカゲルカラムクロマトで精製し、目的物  
 0.76gを得る。

収率 50%

NMRスペクトルデータ

CDC<sub>13</sub>  
 TMS 1.85 ppm(S,3H), 3.85 (S,3H),  
 3.92 (S,6H), 6.05 (S,1H),  
 7.35 (S,2H), 7.50 (S,1H)

実施例 2 5-( $\alpha$ -シアノ-0-クロロベン-

ジルオキシ)-4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-  
 1,3-ジメチルピラゾール(化合物A65)  
 0-クロロベンジルシアニド 7.58g(0.5  
 モル)を100℃に加熱し、ブロム8.8g(0.55  
 モル)を滴下する。滴下後30分間放冷し、  
 反応液にベンゼンを加え水洗する。溶媒を乾  
 燥後減圧留去し蒸留すると $\alpha$ -ブロモ-0-  
 クロロベンジルシアニド9.0gを得る。

b.p. 105~110℃/7 mmHg

1,3-ジメチル-4-(2,4-ジクロロベンゾ-  
 イル)-5-ヒドロキシピラゾールのナトリ

実施例 1 4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-  
 1,3-ジメチル-5-ビス(メトキシカルボニ-  
 ル)メトキシピラゾール(化合物A618)  
 マロン酸ジメチルエステル3.0g(0.23モル)  
 を四塩化炭素100mlに溶解しブロム1.0gを  
 加えタンクスランプで光照射する。ブロ-  
 ムの赤色が消失した後ブロム3.60gを滴下  
 する。滴下後1時間加熱還流を行う。反応終了  
 後反応液を5%炭酸水素ナトリウム水溶液  
 及び水で洗浄する。乾燥後溶媒を減圧留去し  
 蒸留すると $\alpha$ -ブロモマロン酸ジメチルエス-  
 テル3.78gを得る。

b.p. 110~115℃/25 mmHg 収率 79%

1,3-ジメチル-4-(2,4-ジクロロベンゾ-  
 イル)-5-ヒドロキシピラゾールのカリウム  
 塩1.2g(0.0037モル)をジメチルスルオキ-  
 シド5mlに溶解し、上記で得られた $\alpha$ -ブロ-  
 モマロン酸ジメチルエステル0.8g(0.0038  
 モル)を加え、室温にて6時間搅拌する。反  
 応終了後反応液を水に注加し、目的物をクロ-

ウム塩1.0g(0.003モル)をDMF5mlに溶解  
 し、上記で得られた $\alpha$ -シアノ-0-クロロ-  
 ベンジルプロミド0.76g(0.0033モル)を加  
 え、室温下3時間搅拌する。反応後反応液を  
 水に注入しクロロホルムにて抽出した後、シ-  
 リカゲルカラムクロマトで精製し目的物  
 0.68gを得た。

収率 52%

実施例 3 4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-  
 1,3-ジメチル-5-(3,3-ジメチル-  
 1-フェノキシ-2-オキソ-1-ブトキシ)ピ-  
 ラゾール(化合物A611)

1,3-ジメチル-4-(2,4-ジクロロベンゾ-  
 イル)-5-ヒドロキシピラゾールのカリ  
 ウム塩0.8g(0.0025モル)をテトラヒドロフ  
 ラン10mlに溶解し、3,3-ジメチル-1-  
 フェノキシ-1-ブロモ-2-ブタノン  
 0.76g(0.0028モル)を加え室温下2時間搅拌す  
 る。反応終了後反応液に酢酸エチルを加え水  
 洗し、乾燥後溶媒を減圧留去し残渣をエーテ-

ルより再結すると目的物 1.2g を得る。

m.p. 115.6°C 収率 90%

実施例 4 4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-(1-フェニル-2-メチルプロポキシ)ピラゾール(化合物 162)  
1,3-ジメチル-4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-5-ヒドロキシピラゾールのナトリウム塩 1.0g(0.0033モル)を DMF 5ml に溶解し  $\alpha$ -イソプロピルベンジルプロマイド 0.7g(0.0033モル)を加え、室温下 3 時間攪拌する。反応終了後反応液を水に注入し、クロロホルムにて抽出した後シリカゲルカラムクロマトにて精製すると目的物 0.3g を油状物として得る。

収率 22%

実施例 5 4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-1,3-ジメチル-5-( $\alpha$ -p-ブロモフェノキシエトキシカルボニルメトキシ)ピラゾール(化合物 1620)

3 : 80% 以上 90% 未満殺草

2 : 70% 以上 80% 未満殺草

1 : 60% 未満殺草

結果を第 3 表に示す。

第 3 表

化合物	有効成分量 (g/a)	出芽前処理効果				
		ノビエ	コナギ	タマガヤツリ	ホタルイ	ウリカワ
1	3.0	3	5	5	5	4
2	3.0	4	5	5	5	4
3	3.0	5	5	5	5	5
4	3.0	5	5	5	5	4
5	3.0	5	5	5	5	4
6	3.0	5	5	5	5	5
7	3.0	2	4	5	2	3
8	3.0	2	4	5	2	3
9	3.0	5	5	5	5	5
10	3.0	5	5	5	5	5
11	3.0	5	4	5	2	4
12	3.0	5	5	5	5	5

実施例 1 の  $\alpha$ -ブロモマロン酸ジメチルエステルにかえて  $\alpha$ -グロモ- $\alpha$ -p-ブロモフェノキシ酢酸エチルエステルを使用し同様に行つた。

収率 99%

NMR データ  $^{13}\text{C}$  (ppm) TMS

1.33(t, 3H), 1.80(s, 3H), 3.70(s, 3H),  
4.30(q, 2H), 6.60(s, 1H), 6.90(d, 2H),  
7.40(d, 2H)

#### 試験例 1 出芽前の水田雑草に対する効果

1 万分の 1 アールポットに土壌をつめ水田状態にして、水田雑草であるノビエ、コナギ、タマガヤツリ、ホタルイ、ウリカワの種子を出芽前(Pre)となるように調査した。

これに有効成分の所定量をピベットで液注処理した。処理 21 日後に、無処理と比較してそれぞれ、除草効果を調査し、次の基準で判定を行なつた。

#### 除草活性の判定基準

5 : 100% 殺草

4 : 90% 以上 100% 未満殺草

13	3.0	4	5	5	3	3
14	3.0	3	4	5	2	3
15	3.0	5	5	5	3	4
16	3.0	5	5	5	3	4
17	3.0	5	5	5	3	4
20	3.0	5	5	5	4	5
21	3.0	5	4	5	3	3
対照 A	3.0	3	4	5	3	5
B	3.0	4	5	5	3	4

注 ; 対照 A は特開昭 50-126830 号記載の 4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-1,3-ジメチルピラゾール-5-イル-p-トルエンスルホネートを、B は 1,3-ジメチル-4-(2,4-ジクロロベンゾイル)-5-ヒドロキシピラゾールを供試した。

#### 試験例 2 出芽後の水田雑草に対する効果

1 万分の 1 アールポットに土壌を入れ、水田状態にして、下記薬期の有害雑草を生育させた。更に薬剤処理の前日に 2.5 薬期の水稻苗(品種: 日本晴)を移植し、薬剤を処理した。

処理 21 日後に無処理と比較して除草効果

及び水稻に対する薬害の程度を調査した。

特開昭59- 88470(8)  
第 4 表

供試雑草種及びその葉期：

ノビエ	1葉期
コナギ	2~3葉期
タマガヤツリ	1~2葉期
ホタルイ	2~3葉期
ウリカワ	3葉期

薬害の判定基準

H : 大(枯死を含む。)

M : 中

L : 小

N : 無

除草活性の判定基準は試験例1に準ずる。結果を第4表に示す。

化合物	有効成分量 (g/a)	出芽後処理効果					薬害イネ
		ノビエ	コナギ	タマガヤツリ	ホタルイ	ウリカワ	
1	30	4	4	5	3	3	N
2	30	2	3	5	2	2	N
3	30	5	5	5	4	5	N
4	30	5	5	5	3	3	N
5	30	4	5	5	2	3	N
6	30	4	5	5	3	5	N
7	30	2	4	3	2	2	N
8	30	2	3	3	2	2	N
9	30	4	4	5	3	3	N
10	30	4	5	5	3	5	N
11	30	2	2	2	1	2	N
12	30	5	5	4	4	5	N
13	30	4	4	3	2	2	N
14	30	2	2	2	2	2	N
15	30	2	4	3	2	4	N
16	30	4	5	5	2	4	N
17	30	3	2	2	1	2	N

20	30	5	5	5	3	5	N
21	30	4	2	2	2	2	N
対照A	30	2	3	2	2	3	N
B	30	3	5	4	2	2	L

注：対照A, Bは試験例1に同じ。

又、本願発明化合物は163, 4, 5, 14及び20はハダニに対し殺虫活性を有し、特に163, 4及び5はナミハダニに対し、又1614及び15はミカンハダニに対し200 ppmで優れた効果を示す。

処方例1

本発明化合物1	50部
クレー・ホワイトカーボンの混合物	45部
ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル サルフェートアンモニウム塩	5部

以上を均一に混合粉碎してなる水和剤

処方例2

本発明化合物8	5部
ペントナイト・クレーの混合物	90部
リグニンスルホン酸カルシウム	5部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよく混練し造粒してなる粒剤

処方例3

本発明化合物18	50部
キシレン	40部
ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル とアルキルベンゼンスルホン酸カルシウムとの 混合物	10部

以上を均一に混合してなる乳剤

## 処方例 4

本発明化合物 22	50 部
クレー・ホワイトカーボンの混合物	45 部
ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル サルフェートアンモニウム塩	5 部

以上を均一に混合粉碎してなる水和剤

## 処方例 5

本発明化合物	5 部
1-(2-クロロフェニルスルホニル)-3-(4-メトキシ-6-メチル-1,3,5-トリアジン-2-イル)ウレア	8.975 部
ペントナイト・クレーの混合物	0.25 部
リグニンスルホン酸カルシウム	5 部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよく混練し造粒してなる粒剤

## 処方例 6

本発明化合物	5 部
N-( $\alpha$ , $\alpha$ -ジメチルベンジル)- $\alpha$ -ブロモ- $\beta$ -ブチルアセトアミド	6 部
ペントナイト・クレーの混合物	8.4 部
リグニンスルホン酸カルシウム	5 部

## 処方例 9

本発明化合物	5 部
S-2-メチルビペリジノカルボニルメチル O,O-ジブロビルホスホロジチオエート	5 部
ペントナイト・クレーの混合物	8.5 部
リグニンスルホン酸カルシウム	5 部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよく混練し造粒してなる粒剤

## 処方例 10

本発明化合物	5 部
0-エチル 0-(5-メチル-2-ニトロフェニル)1-メチルブロビルホスホロアミド チオエート	7 部
ペントナイト・クレーの混合物	8.3 部
リグニンスルホン酸カルシウム	5 部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよく混練し造粒してなる粒剤

## 処方例 11

本発明化合物	5 部
0,0-ジイソブロビル S-2-フェニル ホニルアミノエチルホスホロジチオエート	8 部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよく混練し造粒してなる粒剤

## 処方例 7

本発明化合物	5 部
2-クロル-2',6'-ジエチル-N-(ブキシメチル)アセトアニリド	3 部
ペントナイト・クレーの混合物	8.7 部
リグニンスルホン酸カルシウム	5 部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよく混練し造粒してなる粒剤

## 処方例 8

本発明化合物	5 部
N-n-ブロボキシエチル-2,6-ジエチル - $\alpha$ -クロルアセトアニリド	3 部
ペントナイト・クレーの混合物	8.7 部
リグニンスルホン酸カルシウム	5 部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよく混練し造粒してなる粒剤

ペントナイト・クレーの混合物 8.2 部  
リグニンスルホン酸カルシウム 5 部  
以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよく混練し造粒してなる粒剤

## 処方例 12

本発明化合物	5 部
S-エチル N,N-ヘキサメチレンチオカーバ メート	8 部
ペントナイト・クレーの混合物	8.2 部
リグニンスルホン酸カルシウム	5 部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよく混練し造粒してなる粒剤

## 処方例 13

本発明化合物	5 部
1-( $\alpha$ , $\alpha$ -ジメチルベンジル)-3-( $p$ -トリル)ウレア	7 部
ペントナイト・クレーの混合物	8.3 部
リグニンスルホン酸カルシウム	5 部

以上を均一に混合粉碎し適量の水を加えてよく混練し造粒してなる粒剤

